تأثیر متغیرهای فرایند نیتروژن‌دهی در دو روش نیتروژن‌دهی پلاسمایی متداول و توری فعّال بر خواص سطحی و لایه‌های نیتریدی در فولاد گرم‌کار AISI H13*

کیانوش طاهرخانی[۱]   فرزاد محبوبی[۲]

چکیده

هدف از انجام این پژوهش، بررسی تأثیر متغیرهای فرایند نیتروژن‌دهی، یعنی فرکانس و چرخه‌ی کاری، بر نمونه‌هایی با شیارهای مختلف در دو روش نیتروژن‌دهی پلاسمایی متداول و با توری فعّال می‌باشد. نمونه‌های اتصال یافته شامل بلوک فلزی از جنس فولاد ساده‌ی کربنی با شیارهای مکعب مستطیلی به‌عمق ۲، ٤، ٦، ۸ و ۱۰ میلی‌متر، ارتفاع ٤۰ میلی‌متر و پهنای ۲۰ میلی‌متر و یک بلوک فلزی از جنس فولاد گرم‌کار AISI H13 به‌ابعاد ۱۰× ٤۰× ٦۰ میلی‌متر تهیّه شدند. نمونه‌های اتصال یافته در محیط 75%H2-25%N2، دمای ۵۰۰ °C، چرخه‌های کاری ٤۰، ٦۰ و ۸۰ درصد و فرکانس‌های ۸ و ۱۰ کیلوهرتز به‌مدّت زمان ۵ ساعت با دو روش متداول و توری فعّال نیتروژن دهی پلاسمایی شدند. خواص نمونه‌های نیتروژن‌دهی شده با اندازه‌گیری ضخامت لایه‌ی ترکیبی، عمق نفوذ نیتروژن، تعیین نوع ترکیبات فازی و تغییرات ریزسختی بررسی شدند. نتایج آزمایش‌ها نشان دادند که در روش نیتروژن‌دهی پلاسمایی متداول و با چرخه‌ی کاری ۸۰ درصد و عمق شیار ۲ میلی‌متر، پدیده‌ی کاتد توخالی اتفاق می‌افتد، و این منجر به گرمایش بیش‌تر نمونه می‌شود. این در حالی است که پدیده‌ی کاتد توخالی در روش نیتروژن‌دهی پلاسمایی به‌روش توری فعّال رخ نمی‌دهد. مورفولوژی سطح نمونه‌های نیتروژن‌دهی شده به‌روش متداول شامل ذرات گل کَلمی بودند، در حالی‌که سطح نمونه‌های نیتروژن‌دهی شده به‌روش توری فعّال، از ذرات نیتریدی به‌شکل شش وجهی با توزیع یکنواخت پوشیده شده بود.

واژه‌های کلیدی چرخه‌ی کاری، فرکانس، نیتروژن‌دهی پلاسمایی متداول، نیتروژن‌دهی پلاسمایی با توری فعّال

The Effects of Nitriding Parameters in Hot Working Steel AISI H13 on its Surface Properties and Nitride Layers during Conventional and Active Screen Plasma Nitriding Treatments

K. Taherkhani   F. Mahboubi

Abstract

The main aim of this research was to investigate the effects of plasma nitriding parameters including frequency and duty cycle for a seris of test samples with different grooves during conventional plasma nitriding (CPN) and active screen plasma nitriding (ASPN) treatments. The sample assemblies were consisted of rectangular grooved steel blocks with different groove dimensions of 2, 4, 6, 8 and 10 millimeters (width), 40 millimeters (height), and 20 millimeters (length) and AISI H13 steel plates (as the substrate material) with dimensions of 10× 40× 60 mm^3. The sample assemblies were processed in conventional and active screen plasma nitriding chamber at the atmosphere of 75%H_2-25%N_2 with the temperature of 500 °C, the duty cycles of 40, 60, 80%, and the frequencies of 8, 10 kHz for 5 hours. The properties of processed substrates were investigated through the evaluation of the compound layer thickness, case depth, phase composition as well as the hardness profile. The results showed that the hallow cathode effect occurs during CPN method for a sample with 2 mm width groove and the duty cycle of 80% leading to the overheating of the sample. The surface morphology of the CPN treated samples was consisted of cauliflower shaped surface nitrides while the surface of the ASPNed samples were covered by the hexagonal particles with a uniform distribution.

Keywords Duty cycle, Frequency, Conventional Plasma Nitriding (CPN), Active Screen Plasma Nitriding (ASPN).

---

* نسخه‌ی نخست مقاله در تاریخ ۹۱/۸/۸ و نسخه‌ی پایانی آن در تاریخ ۹۲/۹/۲۵ به دفتر نشریه رسیده است.

(۱) نویسنده‌ی مسئول، کارشناسی ارشد شناسایی و انتخاب مواد مهندسی، دانشگاه صنعتی امیر کبیر

(۲) دانشیار، عضو هیأت علمی دانشگاه صنعتی امیرکبیر

مقدمه

نیتروژن‌دهی پلاسمایی یکی از فرایندهای اصلاح ساختاری سطوح فلزات می‌باشد که موجب بهبود مقاومت به سایش، خوردگی و خستگی قطعات صنعتی می‌شود و در نتیجه، باعث افزایش عمر و کارایی بهتر آن‌ها می‌شود [1]. به‌عبارت دیگر، این روش یکی از فرایندهای مهم مهندسی سطح می‌باشد که به‌کمک تخلیه‌ی تابان در دما و ترکیب مناسب از گاز نیتروژن و هیدروژن، نیتروژن جذب سطح شده و در عمق مورد نظر نفوذ می‌کند. به‌این ترتیب، سختی سطح و مقاومت به سایش انواع مختلف مواد مهندسی به ویژه فولادهای ابزار بهبود می‌یابد [2]. عملیّات نیتروژن‌دهی فولادها به‌طور سنتی هنوز هم با یکی از روش‌های گازی یا مایع انجام می‌گیرد، امّا استفاده از پلاسما در این عملیّات با کنترل بهتر فازهای سطحی تشکیل شونده و کیفیّت بهتر سطوح قطعات، سبب کاهش مصرف گاز، کاهش انرژی مصرفی و نیز، کاهش آسیب‌های زیست محیطی می‌شود. روش سنتی نیتروژن‌دهی به‌دلیل این‌که تشکیل لایه‌ی نیتریدی تنها با فرایند نفوذ همراه است، انجام عملیّات نیاز به دمای بالا و زمان زیادی دارد، امّا در روش نیتروژن‌دهی پلاسمایی، با توجه به حضور یون‌ها و ذرات فعّال نیتروژن، امکان انجام عملیّات در دماهای پایین‌تر و زمان‌های کم‌تر نیز وجود دارد [3]. در این فرایند، نیتروژن به داخل فولاد نفوذ می‌کند و سپس، با آهن و عناصر آلیاژی ترکیب شده و توزیع مناسبی از نیتریدهای فلزی را تشکیل می‌دهد. در نتیجه، یک لایه‌ی نازک از نیتریدهای آهن که شامل فازهای نیتریدی γ':Fe4N و ε:Fe2-3N است، در سطح فولاد تشکیل می‌شود. این لایه به لایه‌ی سفید و یا لایه‌ی ترکیبی معروف است [4,5]. خواص قطعات فولادی نیتروژن‌دهی شده با استحکام هسته، خصوصیّات ساختاری لایه‌های ترکیبی و نفوذی تعیین می‌شود [6,7]. در حال حاضر، نیتروژن‌دهی پلاسمایی متداول بیش‌ترین استفاده را در روش‌های نیتروژن‌دهی فولاد دارد. با وجود تمام مزیت‌هایی که روش نیتروژن‌دهی پلاسمایی متداول (CPN) نسبت به روش‌های سنتی آن دارد، مشکلاتی از قبیل نگه‌داری و حفظ یکنواختی دما در محفظه‌ی ورودی قطعه، محدودیّت انجام عملیّات بر روی قطعاتی با شکل‌های پیچیده، ایجاد لایه‌ی غیریکنواخت در سطح قطعه، خطر ایجاد آسیب قوس و پدیده‌ی کاتد توخالی (Hallow Cathode) حین وقوع فرایند وجود دارند. پدیده‌ی کاتد توخالی در نتیجه‌ی هم پوشانی پلاسما در دو طرف شیار و یا حفره به‌وجود می‌آید که باعث جلوگیری از ورود پلاسما به‌درون حفره یا شیار می‌شود. به این اثر، کاتد توخالی گفته می‌شود [8,9]. تلاش‌هایی که به‌منظور برطرف کردن عیب‌های این روش صورت گرفته است، ضمن آن‌که منجر به توسعه‌ی روش نیتروژن‌دهی پلاسماییِ متداول شده‌اند، باعث ابداع روش نیتروژن‌دهی پلاسمایی با توری فعّال (ASPN یا TC) نیز شده‌اند. روش کار در عملیّات نیتروژن‌دهی پلاسمایی با توری فعّال همانند روش نیتروژن‌دهی پلاسمایی متداول است، با این تفاوت که در روش نیتروژن‌دهی پلاسمایی به روش توری فعّال، با اتصال توری به قطب منفی و تشکیل پلاسما بر روی سطح توری (نه بر روی سطح قطعه‌کار) وظیفه‌ی تولید اجزای فعّال نیتریدی و هم‌چنین، گرم کردن نمونه‌ها که نسبت به کاتد در پتانسیل خنثی قرار دارند، بر عهده‌ی توری فعّال است [8,10]. نشان داده شده است که نیتروژن‌دهی به روش توری فعّال می‌تواند نتایج مشابهی با نیتروژن‌دهی پلاسمایی متداول داشته باشد، ولی مشکلات موجود در روش نیتروژن‌دهی متداول نظیر آسیب ناشی از قوس سطح، اثر لبه و پدیده‌ی کاتد توخالی را بر طرف می‌کند. با توجه به مشکلاتی که در روش نیتروژن‌دهی قطعات با شیارهای باریک و عمیق وجود دارند و نیاز به کیفیّت سطحی بالا در قالب‌های

حدیده‌کاری و ریخته‌گری تحت فشار که معمولاً هندسه‌ی پیچیده‌ای هم دارند، کنترل عملیّات نیتروژن‌دهی پلاسمایی با تغییر عوامل مؤثر می‌تواند باعث کنترل تأثیر پدیده‌ی کاتد توخالی در قطعاتی با هندسه‌ی پیچیده و افزایش صرفه‌جویی اقتصادی شود. این‌کار تاکنون بررسی نشده است است. هدف اصلی از انجام این پژوهش، مطالعه و بررسی و مقایسه‌ی تأثیر عوامل فرکانس و چرخه‌ی کاری در روش نیتروژن‌دهی پلاسمایی پالسی به‌روش معمولی و توری فعّال در قطعاتی با هندسه‌ی پیچیده از جنس فولاد گرم‌کارِ H13 (فولاد مورد استفاده در قالب‌های حدیده‌کاری) می‌باشد. افزون بر این، یافتن شرایط بهینه‌ی نیتروژن‌دهی برای جلوگیری از وقوع پدیده‌ی کاتد توخالی در روش پلاسمایی متداول و اصلاح آن با استفاده از روش نیتروژن‌دهی پلاسمایی با توری فعّال، از دیگر هدف‌های انجام این تحقیق است.

مواد و روش تحقیق

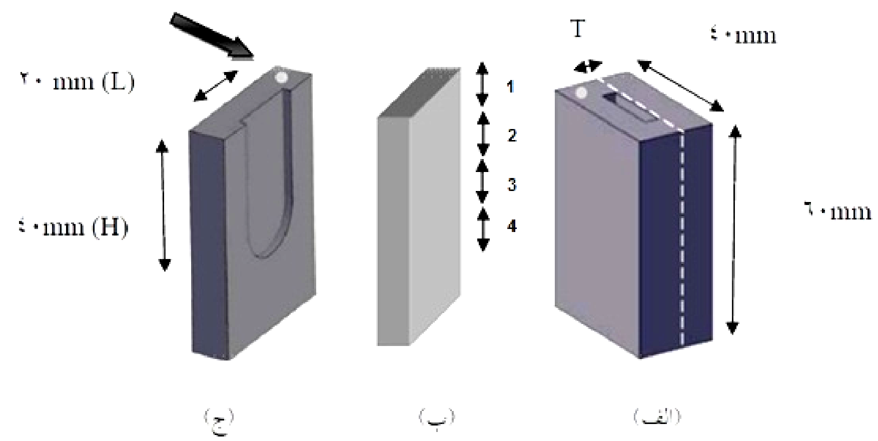
ابتدا نمونه‌های مکعبی به‌ابعاد ۳۰×۴۰×۶۰ میلی‌متر از جنس فولاد گرم‌کار AISI H۱۳ و ۱/۲۳٤٤ DIN با ترکیب شیمیایی ارائه شده در جدول (۱)، با ماشین‌کاری تهیه شدند. سپس، شیارهایی در نمونه‌های مکعب مستطیل شکلِ آماده شده از جنس فولاد ساده‌ی کربنی به‌ارتفاع ثابت ٤۰ میلی‌متر و پهنای ثابت ۲۰ میلی‌متر و به‌عمق‌های ۲، ٤، ٦، ۸ و ۱۰ میلی‌متر (نشان داده شده با T در شکل (۱)) ایجاد شدند. دلیل استفاده از نمونه‌هایی با عمق‌های مختلف شیار، به‌نوعی شبیه‌سازی قالب‌های حدیده‌کاری و ریخته‌گری تحت فشار با شکل هندسی پیچیده و حفره‌هایی به‌ابعاد متفاوت که باید در معرض عملیات نیتروژن‌دهی پلاسمایی قرار گیرند، بوده است. افزون بر این، به‌منظور کنترل دقیق دما حین وقوع فرایند نیتروژن‌دهی پلاسمایی، درون نمونه‌ها محلی برای تعبیه‌ی ترموکوپل در نظر گرفته شد. این محل در شکل (۱) با یک پیکان نشان داده شده است. شکل (۱) شمایی از نمونه‌ی تهیه شده را نشان می‌دهد. سطح مورد بررسی در این پژوهش، سطح بخش مشخص شده در قسمت (ب) از شکل (۱) و از جنس فولاد گرم‌کار AISI H۱۳ می‌باشد. پس از آماده شدن نمونه‌ها، آن‌ها در دمای ۱۰۵۰°C به‌مدّت زمان یک ساعت آستنیته شدند و پس از آن، بلافاصله در روغن سریع سرد شدند. برای جلوگیری از وقوع هرگونه تغییر در ریزساختار فولاد هنگام نیتروژن‌دهی پلاسمایی، دمای بازپخت بالاتر از دمای نیتروژن‌دهی در نظر گرفته شد و نمونه‌ها برای این‌منظور، در دمای ۵۳۰°C به‌مدّت زمان یک ساعت بازپخت شدند. سختی نمونه‌ها برابر با ٥٤ تا ٥۷ راکول سی به‌دست آمد. پس از آن، تمامی سطوح نمونه‌ها به منظور ایجاد سطوح صاف برای عملیّات نیتروژن‌دهی، سنباده زده شدند و سپس، صیقل‌کاری انجام شد. برای انجام عملیّات نیتروژن‌دهی پلاسمایی به‌روش معمولی و توری فعّال، از دستگاه نیتروژن‌دهی پلاسمایی متداول مرحله‌ای استفاده شد (شکل (۲)). نیتروژن‌دهی به نمونه‌ها در محیطی حاوی ۲۵ درصد N_2 و ۷۵ درصد H_2 در دمای ۵۰۰ °C با فرکانس‌های ۸ و ۱۰ کیلوهرتز در چرخه‌های کاری (نسبت پالس on به off+on) ٤۰، ٦۰ و ۸۰ درصد به‌مدّت زمان ۵ انجام شد. برای عملیّات نیتروژن‌دهی پلاسمایی به‌روش توری فعّال، ورق مشبّکی از جنس فولاد ساده‌ی کربنی به‌ضخامت ۰/۸ میلی‌متر که حاوی سوراخ‌هایی استوانه‌ای شکل به قطر ۸ میلی‌متر با توزیع یکنواخت بود، تهیه شد. درپوش مورد استفاده نیز از همان ورق تهیه شد. نمونه‌ها بر روی میزِ کار که یک عایق سرامیکی آن را از پتانسیل منفی (کاتد) جدا می‌کرد، قرار داده شدند (شکل (۳)). سپس، توری ساخته شده پس از چربی زدایی، اسیدشویی در محلول فروکیلین و خشک شدن، بر روی سکّوی موجود در محفظه‌ی دستگاه قرار

گرفت. در روش نیتروژن‌دهی پلاسمایی به‌روش توری فعّال، با اتصال توری به قطب منفی (کاتد) پلاسما بر روی سطح توری تشکیل می‌شود. افزون بر این، تولید اجزای فعّالِ نیتریدی و نیز گرم کردن نمونه‌ها، بر عهده ی توری فعّال بود. در نهایت، برای بررسی ریزساختار سطوح و مقاطع برش خورده‌ی شیارهای نمونه‌های نیتروژن‌دهی شده از تصویرهای میکروسکُپ الکترونی روبشی، برای اندازه‌گیری ضخامت لایه‌ی ترکیبی از میکروسکُپ نوری، و برای اندازه‌گیری ریزسختی نمونه‌ها از روش سختی‌سنجی ویکرز با نیروی اعمالی ۵۰ گرم استفاده شد. به‌منظور بررسی فازهای ایجاد شده در سطح شیار، از دستگاه پراش پرتوی ایکس استفاده شد. پراش به‌دست آمده با استفاده از پرتوی Cu kα با ولتاژ ٤٠ کیلو ولت، جریان ۳۰ میلی‌آمپر و با زاویه‌ی (2θ) بین ۳۰ (شروع) تا ۹۰ درجه (پایان) ایجاد شد. پس از عملیّات نیتروژن‌دهی، نمونه‌ها از لبه‌ی شیار تا تهِ آن به‌فاصله‌ی ۱ سانتی‌متر جدا شدند و مناطق به ترتیب از بالا با شماره‌های ۱، ۲، ۳ و ٤ نام‌گذاری شدند. در این گزارش، نتایج مربوط به منطقه‌ی ۱ نزدیک به لبه‌ی شیار برای **پراش پرتوی ایکس و تصویرهای میکروسکُپ الکترونی** روبشی گزارش شده اند. در مرحله‌ی بعد، نمونه‌ها از مقطع عرضی برش داده شدند و سطوح برش خورده، از بالا با حرف‌های A و B نام‌گذاری شدند (شکل (٤)).

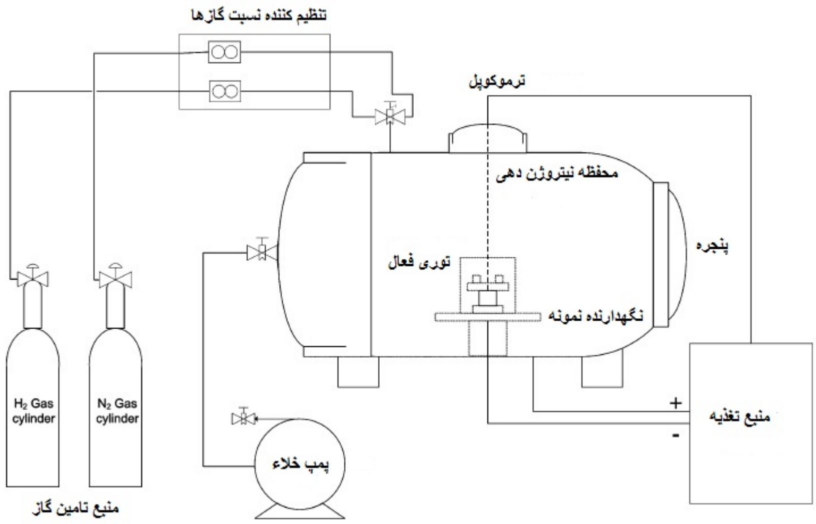
جدول ۱ ترکیب شیمیایی فولاد گرم کار AISI H۱۳

(بر حسب درصد وزنی)

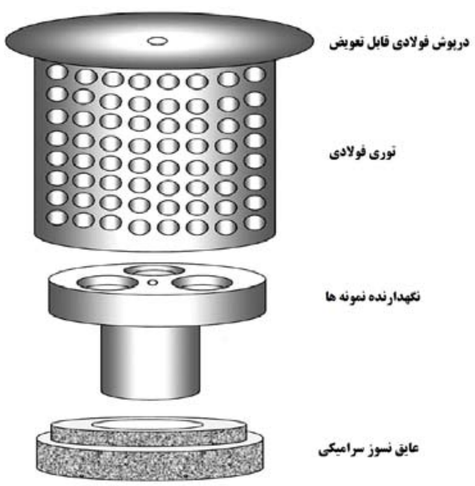
عنصر	C	Si	Mn	P	V	S	Cr	Mo
درصد وزنی	۰.٤۲	۰.۸۲	۰.٤٥	۰.۰۳	۰.۳	۰.۰۲	٤.۷	۱.٥۲



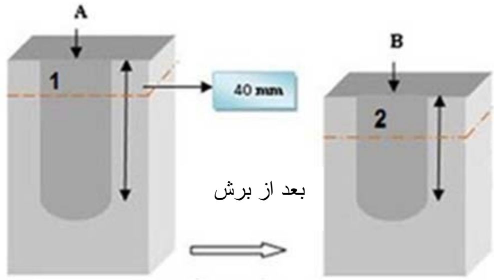
شکل۱ شمایی از مجموعه‌ی نمونه‌ی نیتروژن‌دهی پلاسمایی شده (الف)، متشکل از سطح مورد آزمایش از جنس فولاد گرم‌کار AISI H۱۳ (ب) و سطح شیاردار که با پیچ و مهره به‌هم وصل شده‌اند (پ). پیکان برزگ، محل استقرار ترموکوپل را نشان می‌دهد.



شکل۲ طرح‌واره‌ای از دستگاه نیتروژن‌دهی پلاسمایی مورد استفاده در این پژوهش.



شکل۳ نمایی از قطعات توری، درپوش، پایه و عایق سرامیکی مورد استفاده در این پژوهش.



شکل٤ نمایی از برش نمونه‌ها از مقطع عرضی قطعات عملیات شده

نتایج و بحث

ضخامت‌های لایه‌ی ترکیبی در نمونه‌های نیتروژن‌دهی شده در دمای ثابت ۵۰۰ °C در چرخه‌های کاری ٤۰، ٦۰ و ۸۰ درصد و فرکانس‌های ۸ و ۱۰ کیلوهرتز با عمق‌های ۲، ٤، ٦، ۸ و ۱۰ میلی‌متر با دو روش نیتروژن‌دهی پلاسمایی معمولی، در جدول (۲)، و

روش نیتروژن‌دهی پلاسمایی با توری فعّال، در جدول (۳) آورده شده‌اند. این نتایج با استفاده از میکروسکُپ نوری به‌دست آمده‌اند و هر یک از آن‌ها میانگین سه عدد می‌باشد. مشاهده می‌شود که ضخامت لایه‌ی ترکیبی با افزایش عمق شیار زیاد می‌شود، و این به‌دلیل افزایش بیش‌تر حضور نیتروژن درون شیار و افزایش بمباران یونی در سطح نمونه است. در هر دو روش نیتروژن‌دهی پلاسمایی معمولی و توری فعّال، ضخامت لایه‌ی ترکیبی به‌وسیله‌ی غلظت نیتروژن کنترل می‌شود. ضخامت لایه‌ی ترکیبی با افزایش نیتروژن در مخلوط گازی افزایش می‌یابد، و این ناشی از افزایش نفوذ اتم‌های نیتروژن در زیر لایه می‌باشد. افزون بر این، ضخامت لایه‌ی نیتریدی تشکیل شده افزون بر این، **ضخامت لایه ی نیتریدی تشکیل شده به چگالی اتم های فعال از قبیل یون های نیتروژن و یون های رادیکال آزاد بستگی دارد.** [11,12]. به‌منظور بررسی خواص سطوح نمونه‌های پلاسما- نیتراید شده، ضخامت لایه‌ی ترکیبی سطوح A و B (مناطق مختلف در سطوح آزمایش شده) در شکل (٤) اندازه‌گیری شده‌اند. در هر دو روش نیتروژن‌دهی پلاسمایی، ضخامت لایه‌ی ترکیبی تشکیل شده در منطقه‌ی دور از لبه‌ی B (درون شیار) نازک‌تر از منطقه‌ی نزدیک به لبه (لبه‌ی شیار) در سطح A می‌باشد. با توجه به نتایج ارائه شده در جدول (۲)، ضخامت لایه‌ی ترکیبی در چرخه‌ی کاری ۸۰ درصد، فرکانس ۱۰ کیلوهرتز و عمق شیار ۱۰ میلی‌متر (بزرگ‌ترین شیار) در روش نیتروژن‌دهی پلاسمایی معمولی در سطح A برابر با ۱۰/٦ میکرومتر و در سطح B برابر با ۸/٤ میکرومتر، و در روش نیتروژن‌دهی پلاسمایی به‌روش توری فعّال در سطح A برابر با ۹/۵ میکرومتر و در سطح B برابر با ۷/٤ میکرومتر می‌باشد. افزون بر این، ضخامت لایه‌ی ترکیبی در چرخه‌ی کاری ۸۰ درصد، فرکانس ۱۰ کیلوهرتز و عمق شیار ۲ میلی‌متر (کوچک‌ترین شیار) در روش نیتروژن‌دهی پلاسمایی معمولی در سطح A برابر با ۳/۸ میکرومتر و در سطح B برابر با صفر، و در روش نیتروژن‌دهی پلاسمایی به‌روش توری فعّال در سطح A و B برابر با صفر می‌باشد. می‌توان نتیجه گرفت که در هر دو روش، ضخامت لایه‌ی ترکیبی سطوح A بیش‌تر از سطوح B می‌باشد. هم‌چنین، در شیارهای نازک‌تر اختلاف ضخامت لایه‌ی ترکیبی سطوح A و B بیش‌تر می‌شود. ضخامت لایه‌ی ترکیبی سطوح B در شیارهایی با ضخامت کوچک‌تر، کاهش بیش‌تری می‌یابد. افزون بر این، مشاهده می‌شود که ضخامت لایه‌ی ترکیبی در روش نیتروژن‌دهی پلاسمایی معمولی بیش‌تر از ضخامت لایه‌ی ترکیبی در روش نیتروژن‌دهی با توری فعّال می‌باشد، و این به‌دلیل آن است که در روش معمولی، نمونه‌ها به‌طور مستقیم در معرض ذرات نیتریدی و اتم‌های نیتروژن هستند، ولی در روش نیتروژن‌دهی با توری فعّال، توری نقش کاتد را دارد و در معرض مستقیم بمباران می‌باشد. هم‌چنین، مشاهده می‌شود که در هر دو روش، افزایش چرخه‌ی کاری که منجر به افزایش بمباران سطحی می‌شود، ضخامت لایهی ترکیبی را افزایش داده است. در هر دو روش، افزایش فرکانس از ۸ به ۱۰ کیلوهرتز، تأثیر زیادی بر روی ضخامت لایه‌ی ترکیبی ندارد و فقط به‌مقدار ناچیزی باعث افزایش ضخامت لایه‌ی ترکیبی می‌شود [7,13]. با توجه به نتایج به‌دست آمده از اندازه‌گیری ضخامت لایه‌ی ترکیبی، می‌توان مشاهده کرد که یک پدیده‌ی قابل توجه در روش نیتروژن‌دهی پلاسمایی معمولی در نمونه‌ها به‌ازای چرخه‌ی کاری ۸۰ درصد و عمق شیار ۲ میلی‌متر اتفاق افتاده است که در نهایت، باعث شده است تا ضخامت لایه‌ی ترکیبی در چرخه‌ی کاری ۸۰ درصد کم‌تر از چرخه‌ی کاری ٤۰ و ٦۰ درصد شود. سختی سطوح شیار نیز کاهش یافته است. دلیل آن را می‌توان به گرمایش بیش‌تر در نتیجه‌ی وقوع پدیده‌ی کاتد توخالی نسبت داد که به‌دلیل کوچک بودن عمق شیار، پلاسما در دو طرف شیار هم‌پوشانی کرده و باعث گیر افتادن الکترون‌ها و یونش بیش‌تر می‌شود [11,14].

جدول ۲ ضخامت‌های لایه‌ی ترکیبی در نمونه‌های نیتروژن‌دهی شده به‌روش معمولی

چرخه‌ی کاری		**٪۸۰**				**٪٦۰**				**٪٤۰**			
فرکانس (کیلو هرتز)		**۱۰**		**۸**		**۱۰**		**۸**		**۱۰**		**۸**	
سطح		**A**	**B**	**A**	**B**	**A**	**B**	**A**	**B**	**A**	**B**	**A**	**B**
	۲	**۳.۸**	**۰**	**۳.۷**	**۰**	**٤.٤**	**۰**	**٤.۲**	**۰**	**٤.۱**	**۰**	**۳.۹**	**۰**
	٤	**٥.۱**	**٤.٤**	**٤.۷**	**٤.٤**	**٤.۷**	**٤.۳**	**٤.٥**	**٤.۲**	**٤.٤**	**۳.۸**	**٤.۳**	**۳.٦**
پهنای شیار (میلی‌متر)	**٦**	**٦.۸**	**٦.۳**	**٦.۷**	**٦.۱**	**....**	**....**	**.....**	**....**	**٥.٥**	**٤.۷**	**٥.٤**	**٤.۳**
	۸	**۹.۸**	**۷.۸**	**۹.٥**	**۷.٤**	**....**	**....**	**....**	**...**	**۸.۱**	**۷.۳**	**۷.۸**	**۷.٤**
	۱۰	**۱۰.٦**	**۸.٤**	**۱۰.۱**	**۸.۲**	**...**	**....**	**....**	**....**	**۸.۷**	**۸.۱**	**۸.٤**	**۷.٦**

جدول ۳ ضخامت‌های لایه‌ی ترکیبی در نمونه‌های نیتروژن‌دهی شده به‌روش توری فعّال

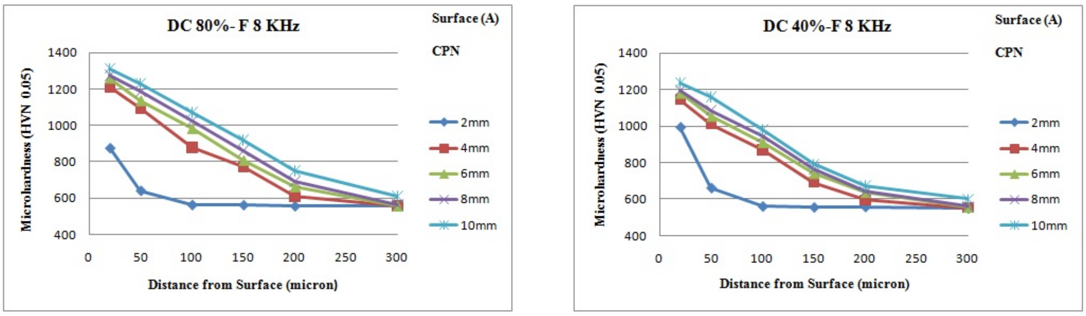
چرخه‌ی کاری		٪۸۰				٪٦۰				٪٤۰			
فرکانس (کیلو هرتز)		۱۰		۸		۱۰		۸		۱۰		۸	
سطح		A	B	A	B	A	B	A	B	A	B	A	B
پهنای شیار (میلی‌متر)	۲	۰	۰	۰	۰	۰	۰	۰	۰	۰	۰	۰	۰
	٤	۲.۹	۱.۹	۲.۷	۱.۸	۲.٤	۱.٦	۲.۱	۱.٥	۲.۱	۱.۲	۱.۸	۱.۱
	٦	٥.۲	٤.۷	٤.۸	٤.۲	....	....	.....	....	۳.۹	۳.۱	۳.٦	۲.۹
	۸	۷.٦	٦.۸	۷.٤	٦.٥	....	....	....	...	٦.۱	٥.٤	٥.۹	٤.۸
	۱۰	۹.٥	۷.٤	۹.۲	۷.۱	...	....	....	....	۷.٤	٦.۹	۷.۱	٦.۸

در شکل‌های (٥) و (٦)، ریزسختی نمونه‌های نیتروژن‌دهی پلاسمایی شده به‌روش معمولی و توری فعّال با ضخامت‌های متفاوت شیار در فرکانس ۸ کیلوهرتز، دمای ٥۰۰ °C و در چرخه‌های کاری ٤۰ و ۸۰ درصد نمایش داده شده است. در تغییرات ریزسختی مربوط به مقطع عرضی نمونه‌ها، یک شیب میان پوسته و هسته مشاهده می‌شود. در این نمونه‌ها، سختی با افزایش فاصله از سطح کاهش پیدا کرده است. نفوذ نیتروژن از سطح فولاد شروع می‌شود و نیتریدهای آهن و عناصر آلیاژی در دانه‌های فولاد تشکیل و موجب افزایش سختی می‌شوند. در نتیجه، با فاصله گرفتن از سطح نیتریدهای کم‌تری تشکیل می‌شوند و سختی کاهش می‌یابد. در نهایت، سختی در فاصله‌ای از سطح به‌مقدار ثابتی می‌رسد که این نشان‌دهنده‌ی توقف تشکیل نیتریدهای آهن و دیگر عناصر آلیاژی که عوامل افزایش سختی هستند، می‌باشد. به‌عبارت دیگر، از این فاصله به بعد نیتروژن نتوانسته است نفوذ کند و بنابراین، نقطه‌ی ثابت شدن سختی در نمودارهای تغییرات ریزسختی نشان‌دهنده‌ی مرز بین لایه‌ی نفوذی و بدنه‌ی نمونه می‌باشد [8,11]. افزون بر این، مشاهده می‌شود که با افزایش عمق شیار از ۲ به ۱۰ میلی‌متر، سختی سطح شیار و سختی از سطح به‌سمت بدنه در همه‌ی نمونه‌ها افزایش یافته است. از آنجا که غلظت نیتروژن درون شیار با عمق ۱۰ میلی‌متر بیش‌تر است، درصد نیتریدهای تشکیل شده در آن بالاتر است. این موجب افزایش سختی سطح در

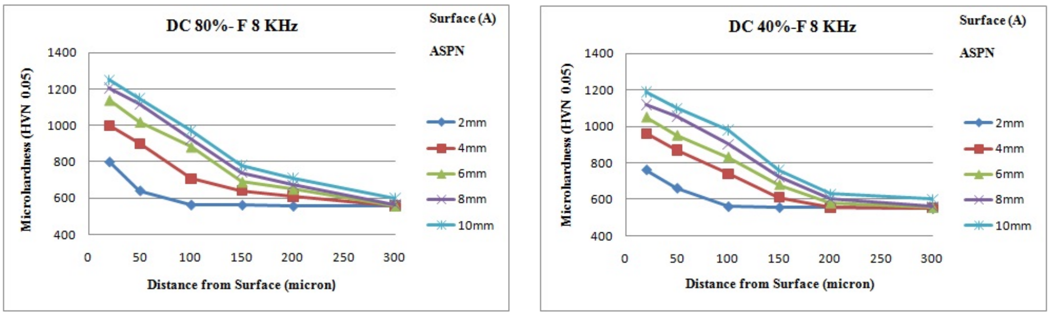
عمق ۱۰ میلی‌متری می‌شود. با توجه به نتایج به‌دست آمده، سختی سطح در نمونه‌ی نیتروژن‌دهی شده به روش معمولی با عمق شیار ۲ میلی‌متر تحت چرخه‌ی کاری ۸۰ درصد کم‌ترین سختی را دارد. دلیل آن را می‌توان به وقوع پدیده‌ی کاتد توخالی نسبت داد. همان طور که گفته شد، سطح این نمونه بیشتر گرم شده است و این باعث رشد ناگهانی ذرات نیتریدی می‌شود. در نتیجه، سختی سطوح کاهش می‌یابد. این در حالی است که در روش نیتروژن‌دهی پلاسمایی با توری فعّال، اثری از پدیده‌ی کاتد توخالی مشاهده نمی‌شود [15]. افزون بر این، مشاهده می‌شود که در هر دو روش نیتروژن‌دهی معمولی و توری فعّال، ریزسختی با افزایش چرخه‌ی کاری از ٤۰ به ۸۰ درصد از سطح به‌سمت بدنه در تمام شیارها به جز عمق شیار ۲ میلی‌متری، افزایش یافته است، زیرا با افزایش چرخه‌ی کاری انرژی یون‌ها و فعالیّت آن‌ها بیش‌تر می‌شود و ضریب نفوذ نیتروژن افزایش پیدا می‌کند. با افزایش ضریب نفوذ، نیتروژن تا عمق بیش‌تری از سطح نفوذ می‌کند و این باعث می‌شود تا نیترید آهن و عناصر آلیاژی بیش‌تری تشکیل شود که موجب افزایش سختی می‌شوند [7]. هم‌چنین مشاهده می‌شود که ریزسختی نمونه‌های نیتروژن‌دهی شده به‌روش معمولی بیش‌تر از ریزسختی نمونه‌هایی است که به‌روش توری فعّال نیتروژن‌دهی شده‌اند [16]. در شکل (۷- الف) و (۷- ب)، تصویرهای میکروسکُپ الکترونی روبشی از مقطع عرضی نمونه‌های نیتروژن‌دهی شده به‌روش معمولی و توری فعّال با عمق شیار ٤ میلی‌متر در دمای ۵۰۰ °C و تحت چرخه‌های کاری ۸۰ درصد و فرکانس ۸ کیلوهرتز آورده شده است. تصویرهای گرفته شده مربوط به سطوح منطقه‌ی A در شکل (٤) می‌باشند. با توجه به نتایج در جدول‌های (۲) و (۳) و شکل (۷)، می‌توان دریافت که با وجود کندوپاش سطوح در روش نیتروژن‌دهی پلاسمایی به‌روش معمولی، ضخامت لایه‌ی نیتریدی تولید شده ضخیم‌تر از لایه‌های نیتریدی در روش نیتروژن‌دهی با توری فعّال است. در این تصویرها، ضخامت لایه‌ی ترکیبی در نمونه‌ها با خطوطی نمایش داده شده است [16].

در شکل (۸)، تصویرهای میکروسکُپ الکترونی روبشی با بزرگ‌نمای ۲۰۰۰ برابر از نمونه‌های نیتروژن‌دهی شده به‌روش متداول با چرخه‌ی کاری ۸۰ درصد، فرکانس ۸ کیلوهرتز و در دمای ثابت ۵۰۰°C به‌ازای عمق‌های شیار ۲ میلی‌متر (کوچک‌ترین ضخامت شیار) و ۱۰ میلی‌متر (بزرگ‌ترین عمق شیار)، نمایش داده شده‌اند. افزون بر این، در شکل (۹) تصویرهای میکروسکُپ الکترونی روبشی با بزرگ‌نمای ۵۰۰۰ برابر از نمونه‌های نیتروژن‌دهی شده به‌روش توری فعّال در چرخه‌ی کاری ۸۰ درصد، فرکانس ۸ کیلوهرتز، دمای ثابت ۵۰۰ °C و در عمق‌های شیار ۲ و ۱۰ میلی‌متر نشان داده شده‌اند. همان‌گونه که در تصویرهای شکل‌های (۸) و (۹) مشاهده می‌شود، سطح نمونه‌های نیتروژن‌دهی شده به‌روش متداول به‌وسیله‌ی ذرات گل کَلمی و سطح نمونه‌های نیتروژن‌دهی شده به‌روش توری فعّال با ذرات نیتریدی شش وجهی پوشیده شده است. افزون بر این، ذرات گل کَلمی تشکیل شده در روش نیتروژن‌دهی متداول ناشی از کندوپاش و رسوب دوباره‌ی اتم‌های سطح توسط اتم‌ها یا یون‌های نیتروژن حین این فرایند می‌باشد. در هر دو روش نیتروژن‌دهی، مشاهده می‌شود که با افزایش ضخامت شیار، ذرات نیتریدی درشت‌تر، سطح فلز ناهموارتر و زبرتر می‌شود. هم‌چنین، با کاهش ضخامت شیار، سطح هموارتر شده و ذرات نیتریدی کوچک‌تر می‌شوند. مشاهده می‌شود که سطوح نیتروژن‌دهی شده به‌روش توری فعّال هموارتر و یکنواخت‌تر از سطوح نیتروژن‌دهی شده به‌روش متداول می‌باشد [17,18]. افزون بر این، وقوع پدیده‌ی کاتد توخالی در روش نیتروژن‌دهی متداول به‌ازای

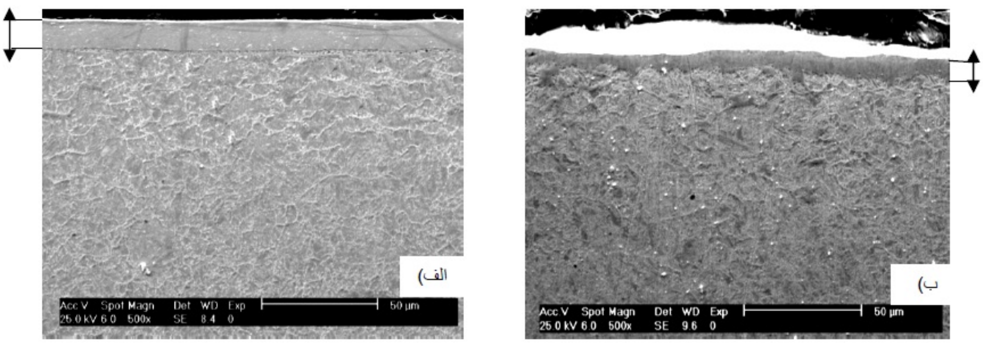
عمق شیار ۲ میلی‌متر و چرخه‌ی کاری ۸۰ درصد باعث شده است تا اندازه‌ی ذرات گل کَلمی در شیار ۲ میلی‌متر بزرگ‌تر و درشت‌تر از شیار ۱۰ میلی‌متری شود. با توجه به تصویرهای میکروسکُپ الکترونی روبشی از نمونه‌های نیتروژن‌دهی شده به‌روش توری فعّال، مشاهده می‌شود که پدیده‌ی کاتد توخالی در شیار ۲ میلی‌متر به‌ازای چرخه‌ی کاری ۸۰ درصد رخ نداده است [16].



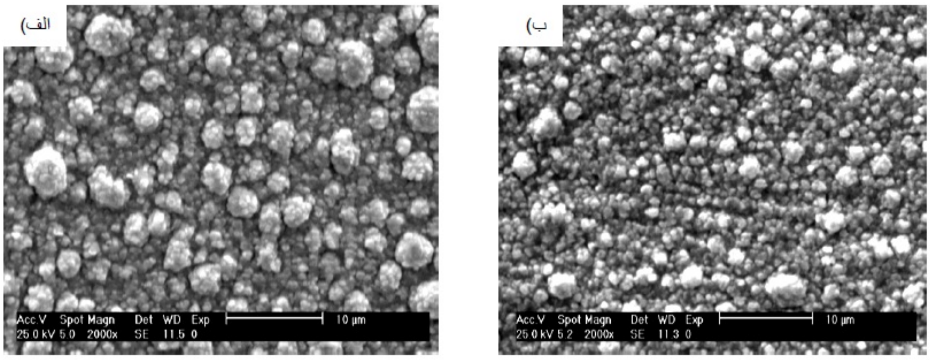
شکل۵ تغییرات ریزسختی نمونه‌های نیتروژن‌دهی شده به‌روش معمولی در دمای ۵۰۰ °C، فرکانس ۸ کیلوهرتز و چرخه‌ی کاری ۸۰ درصد (الف) و ٤۰ درصد (ب).



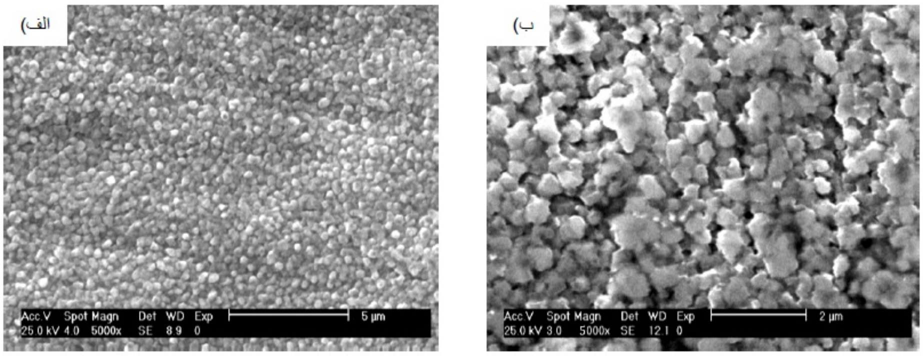
شکل٦ تغییرات ریزسختی نمونه‌های نیتروژن‌دهی شده به‌روش توری فعّال در دمای ۵۰۰ °C، فرکانس ۸ کیلوهرتز و چرخه‌ی کاری ۸۰ درصد (الف) و ٤۰ درصد (ب).



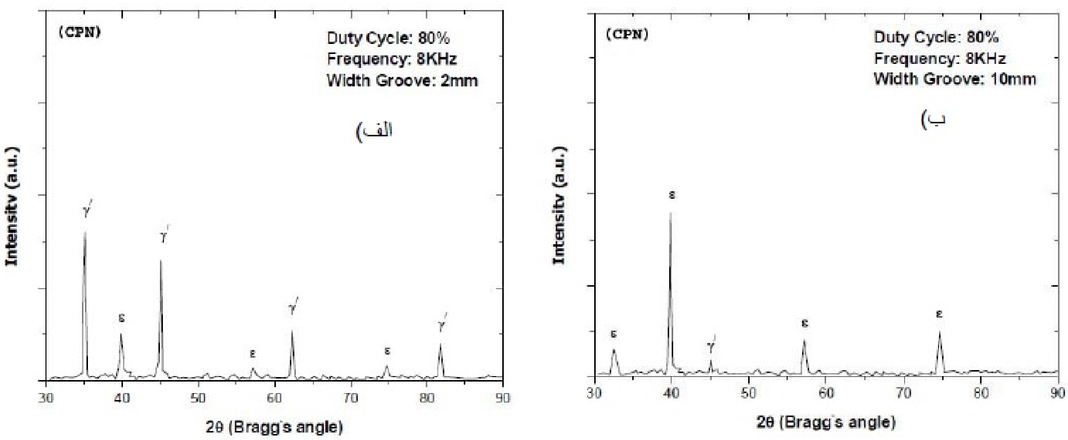
شکل۷ تصویرهای میکروسکُپ الکترونی روبشی از مقطع عرضی نمونه‌های نیتروژن‌دهی شده با عمق شیار ۱۰ میلی‌متر در دمای ۵۰۰ °C، چرخه‌ی کاری ۸۰ درصد و فرکانس ۸ کیلوهرتز به‌روش معمولی (الف) و توری فعّال (ب).



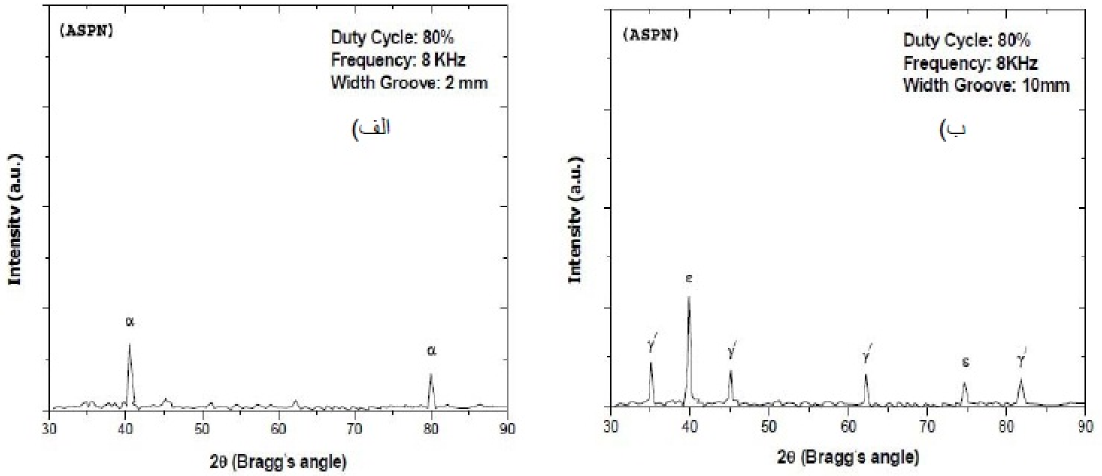
شکل۸ تصویرهای میکروسکُپ الکترونی روبشی از نمونه‌های نیتروژن‌دهی شده به‌روش متداول در دمای ۵۰۰ °C ، چرخه‌ی کاری ۸۰ درصد و در عمق‌های ۲ میلی‌متری (الف) و ۱۰ میلی‌متری (ب)



شکل ۹ تصویرهای میکروسکُپ الکترونی روبشی از نمونه‌های نیتروژن‌دهی شده به‌روش توری فعّال در دمای ۵۰۰ °C ، چرخه‌ی کاری ۸۰ درصد و در عمق‌های ۲ میلی‌متری (الف) و ۱۰ میلی‌متری (ب)



شکل ۱۰ نتایج پراش پرتوی ایکس مربوط به نمونه‌های نیتروژن‌دهی شده در چرخه‌ی کاری ۸۰ درصد و فرکانس ۸ کیلوهرتز به‌روش نیتروژن‌دهی پلاسمایی متداول برای ضخامت‌های ۲ میلی‌متر (الف) و ۱۰ میلی‌متر (ب)



شکل ۱۱ نتایج پراش پرتوی ایکس مربوط به نمونه‌های نیتروژن‌دهی شده در چرخه‌ی کاری ۸۰ درصد و فرکانس ۸ کیلوهرتز به‌روش نیتروژن‌دهی پلاسمایی با توری فعّال برای ضخامت‌های ۲ میلی‌متر (الف) و ۱۰ میلی‌متر (ب).

شکل‌های (۱۰) و (۱۱)، نتایج پراش پرتوی ایکس مربوط به نمونه‌های نیتروژن‌دهی شده به‌روش معمولی و توری فعّال را در دمای ۵۰۰ °C، فرکانس ۸ کیلوهرتز و چرخه‌ی کاری ۸۰ درصد و برای عمق‌های شیار ۲ و ۱۰ میلی‌متر نشان می‌دهند. در سطح همه‌ی نمونه‌ها فازهای γ':Fe4N و ε:Fe2-3N تشکیل شده‌اند [19,20]. با افزایش عمق شیار در روش نیتروژن‌دهی پلاسمایی متداول، مقدار فاز ε (فاز غنی از نیتروژن) افزایش پیدا کرده است که می‌تواند به‌دلیل افزایش حضور نیتروژن درون شیار و کندوپاش بیش‌تر سطح با افزایش ضخامت باشد [15]. به‌طور مشابه، در نمونه‌های نیتروژن‌دهی شده به‌روش توری فعّال، مقدار فاز نیترید آهن با بزرگ‌تر شدن عمق شیار افزایش یافته است. با این‌حال، نیتریدهای آهن تشکیل شده در سطح نمونه‌ی با عمق شیار ۲ میلی‌متر بسیار ناچیز است و به‌وسیله‌ی پراش پرتوی ایکس تشخیص داده نشده است. در این حالت، تنها پیک α–Fe به‌وضوح مشاهده می‌شود. افزون بر این، با مقایسه‌ی نتایج پراش پرتوی ایکس مربوط به نمونه‌های نیتروژن‌دهی شده به‌روش متداول و توری فعّال، مشاهده می‌شود که شدّت مربوط به فاز ε در روش توری فعّال نسبت به روش متداول کاهش یافته است و برعکس، شدّت فاز γ' افزایش یافته است. دلیل این رفتار به حضور بیش‌تر نیتروژن و نیتریدها درون شیارها در روش نیتروژن‌دهی پلاسمایی متداول نسبت داده می‌شود [7]. در نهایت ، می‌توان نتیجه گرفته که نیتروژن‌دهی پلاسمایی به‌روش توری فعّال به‌دلیل جلوگیری از وقوع پدیده‌ی کاتد توخالی، ایجاد لایه‌ی یکنواخت در سطح، تشکیل فازهای نیتریدی به‌طور یکنواخت و منظم در سطح و امکان نیتروژن‌دهی قطعات با شیارهای نازک و عمیق، نسبت به روش متداول برتری دارد.

نتیجه‌گیری

۱- ضخامت لایه‌ی ترکیبی در روش نیتروژن‌دهی پلاسمایی متداول بیش‌تر از ضخامت لایه‌ی ترکیبی در روش نیتروژن‌دهی با توری فعّال است.

۲- در هر دو روش نیتروژن‌دهی، افزایش چرخه‌ی کاری منجر به افزایش بمباران سطحی شد و ضخامت لایه‌ی ترکیبی را افزایش داد. در هر دو روش، افزایش فرکانس از ۸ به ۱۰ کیلوهرتز تأثیر

زیادی بر ضخامت لایــه‌ی ترکیبــی نداشــت و تنهــا بـه‌مقدار نـاچیزی باعـث افـزایش ضـخامت لایــه‌ی ترکیبی شد.

۳- در روش نیتروژن‌دهی پلاسمایی متـداول، پدیـده‌ی کاتد توخالی در نمونه‌های بـا چرخــه‌ی کـاری ۸۰ درصد و عمق شیار ۲ میلی‌متر اتفاق افتـاد و باعـث شد تا ضخامت لایه‌ی ترکیبـی در چرخــه‌ی کـاری ۸۰ درصد کـم‌تـر از چرخــه‌هـای کـاری ٤٠ و ٦٠ درصد شود. سختی سطوح شیار نیز کاهش یافت.

٤- در هر دو روش نیتـروژن‌دهـی پلاسـمایی، سـختی سـطح شـیارها بـا افـزایش عمـق شـیار و افـزایش چرخه‌ی کاری بیش‌تر شد. سختی سطح نمونه‌های نیتروژن‌دهی شده در روش نیتروژن دهی پلاسمایی معمولی بیش‌تر از سختی سـطح در روش نیتـروژن دهی پلاسمایی با توری فعال به‌دست آمد.

٥- نقطه‌هایی از سطح شیار که به لبه نزدیک‌تر بودنـد، سختی بالاتری داشتند.

٦- سطح نمونه‌های نیتروژن‌دهی شده به‌روش متـداول به‌وسیله‌ی ذرات گـل کَلمـی و سـطح نمونــه‌هـای نیتروژن‌دهی شـده بـه‌روش تـوری فعّـال بـا ذرات نیتریدی شش وجهی با توزیـع یکنواخـت پوشـیده شده بود.

۷- در سطح کلیه‌ی نمونه‌ها، فازهـای Fe_4N:γ' و $Fe_{2-3}N$:ε تشکیل شـدند. بـا افـزایش ضـخامت شـیار، شدّت فازهای ε بـه γ' افـزایش یافـت. در سـطح نمونه‌ی نیتروژن‌دهی شده با توری فعّـال بـا عمـق شیار ۲ میلی‌متر، تنها فاز α مشاهده شد. با افـزایش ضخامت و کاهش چرخه‌ی کاری، نسبت فازهای ε به γ' افزایش یافت، امّا افزایش فرکانس تأثیر قابـل توجهی بر مقدار فازهای تشکیل شده نداشت.

مراجع

1. Olzon-Dionysio, M., Campos, M., Kapp, M. and Souza, S.DE., “Influences of plasma nitriding edge effect on properties of 316 L stainless steel”, Surface and Coatings Technology, Vol. 204, pp. 3623-3628, (2010).

2. Berg, M., Budtz, C.V., Reitz, H., Schweitz, K.O. and Chevallier, J., “on Plasma nitriding of steels”, Surface and Coating Technology,Vol. 124, pp. 25-31, (2000).

3. Ozbaysal, K. and Inal, O.T., “Structure and properties of ion nitrided stainless steel”, Material Science and Engineering, Vol. 21, pp. 4318, (1986).

4. Ochoa, E.A., Wisnivesky, D., Minea, T., Ganciu, M., Tauziede, C., Chapon, P. and Alvarez, F. “Microstructure and properties of the compound layer obtained by pulsed plasma nitriding in steel gear”, Surface and Coatings Technology, Vol. 1203, pp. 157-1461, (2009).

5. Sirin, S.Y., Sirin, K. and Kaluc, E., “Effect of the ion nitriding surface hardening process on fatigue behavior of AISI 4340 steel”, Material Characterization,Vol. 59, pp. 351-358, (2008).

6. Ashrafizade, F., “Influence of plasma and gaz nitriding on fatigue resistance of plain carbon steel”, Surface and Coatings Technology, Vol. 173-174, pp. 1196-1200, (2003).

7. Jeong, B.Y. and Kim, M.H., “Effect of pulse frequency and temperature on the nitride layer and surface

characteristics of plasma nitrided stainless steel", Surface and Coatings Technology, Vol. 137, pp. 249-254, (2001).

8. Li, CZ. and Bell, T.,"Principals mechanisms and applications of active screen plasma nitriding", Heat Treatment of Metal, Vol. 30, pp. 1-7, (2003).

9. Shen, L., Wang, L. and Xu, J., "Plasma nitriding of AISI 304 austenitic stainless steel assisted with hollow cathode effect", Surface and Coatings Technology, (2012).

10. Gorges, J., "TC plasma nitriding", Plasma Metal, proceeding of 12th IFHTSE Congress, Melbourne, Australia, International Federation of Heat Treating and Surface Engineering, Vol. 3, pp. 225-229, (2000).

11. De Sousa, R.R.M., De Araújo, F.O., Da □osta, J.A.P., Dumelow, T., De Oliveira, R.S. and Alves Jr, □.,"Nitriding in cathodic cage of stainless steel AISI 316 influence of sample position", Vacuum, Vol. 83, pp. 1402-1405, (2009).

12. Wierzchon, T., Rudnicki, J., Hering, M. and Niedbala, R., "Formation and properties of nitrided layers produced in pulsed plasma at a frequency between 10 and 60 kHz", Vaccum, Vol. 48, pp. 499-502, (1997).

13. Jeong, G.H., Hwang, M.S., Jeong, Y., Hokim, M. and Lee, C., "Effect of the duty factor on the surface characteristics of the plasma nitride and diamond-like carbon coated high-speed steel", Surface and □oatings Technology, Vol. 124, pp. 222-227, (2000).

14. Alves Jr, C., Rodrigues, J.A. and Martinelli, A.E., "The effect of pulse width on the microstructure of d.c-plasma-nitrided layers", Surface and □oatings Technology, Vol. 122, pp. 112-117, (1999).

15. Ahangarani, SH., Mahboubi, F. and Sabour, AR., "Effect of various nitriding parameters on active screen plasma nitriding behavior of a low-alloy steel", Vacuum, Vol. 1032, pp. 1-7, (2006).

16. Soltani Asadi, Z. and Mahboubi, F., "Effect of component geometry on the plasma nitriding behavior of AISI 4340", Materials and Design, Vol. 43, pp. 1-6, (2011).

17. Zaho, C., Li, C.X., Dong, H. and Bell, T., "Study on the active screen plasma nitriding and it is nitriding mechanism", Surface and Coatings Technology, Vol. 201, pp. 15-20, (2006).

18. Ahangarani, SH., Sabour, AR. and mahboubi, F., "Surface modification of 30Cr Ni Mo8 low-alloy steel by active screen step and conventional plasma nitriding metods", Surface and Coatings Technology, Vol. 254, pp. 27-35, (2007).

19. Nishimoto, A., Nagatsuka, K., Narita, R., Nii, H. and Akamatsu, K., "Effect of the distance between screen and sample on active screen plasma nitriding properties", Surface and Coatings Technology, Vol. 205, pp. 365-368, (2010).

20. Mahboubi, F., Samandi, M., Dunne, D., Bloyce A. and Bell, T., "Plasma nitriding of microalloyed steel", Surface and Coatings Technology, Vol. 71, pp. 135-141, (1995).